

22.12.03

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

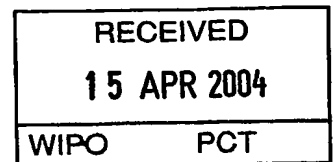
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2003年 1月16日

出 願 番 号
Application Number: 特願2003-008023
[ST. 10/C]: [JP2003-008023]

出 願 人
Applicant(s): 東レ・ファインケミカル株式会社

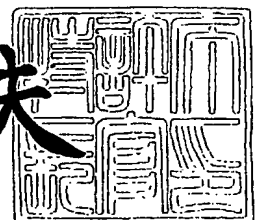


PRIORITY
DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 4月 1日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康 夫



BEST AVAILABLE COPY

出証番号 出証特2004-3004428

【書類名】 特許願

【整理番号】 51E17280

【提出日】 平成15年 1月16日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C07C 59/255
C07B 57/00

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県名古屋市港区大江町9番地の1 東レ株式会社名
古屋事業場内

【氏名】 森井 清二

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県名古屋市港区大江町9番地の1 東レ株式会社名
古屋事業場内

【氏名】 藤野 年弘

【発明者】

【住所又は居所】 愛知県名古屋市港区大江町9番地の1 東レ株式会社名
古屋事業場内

【氏名】 佐藤 治代

【特許出願人】

【識別番号】 000003159

【住所又は居所】 東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

【氏名又は名称】 東レ株式会社

【代表者】 榊原 定征

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 005186

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書**【発明の名称】** 光学活性ジアシル酒石酸の回収方法**【特許請求の範囲】**

【請求項 1】 光学活性ジアシル酒石酸で光学分割して得たジアステレオマー塩を酸性水溶液で解塩して光学活性ジアシル酒石酸を回収する方法において、酸性水溶液にあらかじめ光学活性ジアシル酒石酸を添加しておくことを特徴とする光学活性ジアシル酒石酸の回収方法。

【請求項 2】 酸性水溶液の温度が 0 ～ 50℃であることを特徴とする請求項 1 記載の光学活性ジアシル酒石酸の回収方法。

【請求項 3】 光学活性ジアシル酒石酸が、光学活性ジベンゾイル酒石酸、光学活性ジトルオイル酒石酸、光学活性ジメトキシベンゾイル酒石酸であることを特徴とする請求項 1 記載の光学活性ジアシル酒石酸の回収方法。

【請求項 4】 光学活性ジアシル酒石酸の添加量が酸性水溶液の 0.05 ～ 3 重量 %であることを特徴とする請求項 1 記載の光学活性ジアシル酒石酸の回収方法。

【請求項 5】 酸性水溶液が無機酸の水溶液であることを特徴とする請求項 1 記載の光学活性ジアシル酒石酸の回収方法。

【請求項 6】 ラセミアミンと光学活性ジアシル酒石酸を含む原料を光学分割し一方の光学活性アミンと光学活性ジアシル酒石酸のジアステレオマー塩を分離する光学分割工程、得られたジアステレオマー塩を酸性水溶液で光学活性アミンと光学活性ジアシル酒石酸に解塩する解塩工程、および解塩工程において得られた光学活性ジアシル酒石酸を回収し、回収した光学活性ジアシル酒石酸を光学分割工程の原料として光学分割工程へリサイクルするリサイクル工程からなる光学活性ジアシル酒石酸の回収方法であって、解塩工程において用いる酸性水溶液にあらかじめ光学活性ジアシル酒石酸を添加しておくことを特徴とする光学活性ジアシル酒石酸の回収方法。

【発明の詳細な説明】**【0001】****【発明の属する技術分野】**

本発明は、光学活性ジアシル酒石酸のジアステレオマー塩を解塩して光学活性

ジアシル酒石酸を回収する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

光学活性ジアシル酒石酸は、医薬の原料として重要な光学活性アミンを製造するための光学分割剤として重要な化合物であるが、光学分割工程で得られたジアステレオマー塩から光学活性ジアシル酒石酸を回収、リサイクル使用することが省資源的な工業プロセスを構築する上で必須である。光学活性アミンと光学活性ジアシル酒石酸からなるジアステレオマー塩を解塩して光学活性ジアシル酒石酸を回収する方法として、(S)-1, 2-プロパンジアミンとジベンゾイル-D-酒石酸のジアステレオマー塩を9%塩酸水溶液に添加し、析出したジベンゾイル-D-酒石酸をろ過で回収する方法(特許文献1)、(S)-1, 2-プロパンジアミンとジ-p-トルオイル-D-酒石酸のジアステレオマー塩を9%塩酸水溶液に添加し、析出したジ-p-トルオイル-D-酒石酸をろ過で回収する方法(特許文献2)等が知られている。しかしながら、これらの方法をそのまま採用しても性状の良い、リサイクル使用できる光学活性ジアシル-D-酒石酸を回収することはできない。また、(4aR, 8aR)-1-n-プロピル-6-オキソデカヒドロキノリンとジ-p-トルオイル-L-酒石酸のジアステレオマー塩を希水酸化ナトリウム水溶液で処理し、ジ-p-トルオイル-L-酒石酸ジナトリウムを水層に残し、(4aR, 8aR)-1-n-プロピル-6-オキソデカヒドロキノリンを塩化メチレンで抽出する解塩方法(特許文献3)も知られているが、ジ-p-トルオイル-L-酒石酸ジナトリウムからジ-p-トルオイル-L-酒石酸を回収する方法は記載されていない。

【0003】

【特許文献1】

特許第2712669号公報(実施例5)

【0004】

【特許文献2】

特許第2917495号公報(実施例5)

【0005】

【特許文献3】

特公平6-70063号公報（製造例1）

【0006】**【発明が解決しようとする課題】**

本発明の目的は光学活性ジアシル酒石酸のジアステレオマー塩を解塩して性状の良い光学活性ジアシル酒石酸を工業的に回収する方法、さらに得られた光学活性ジアシル酒石酸を光学分割工程へリサイクルする方法を提供することにある。

【0007】**【課題を解決するための手段】**

本発明者らは前記課題を解決する方法について鋭意検討した結果、本発明に到達した。すなわち、光学活性ジアシル酒石酸で光学分割して得たジアステレオマー塩を酸性水溶液で解塩して光学活性ジアシル酒石酸を回収する方法において、酸性水溶液にあらかじめ光学活性ジアシル酒石酸を添加しておくことを特徴とする。

【0008】

また、ラセミアミンと光学活性ジアシル酒石酸を含む原料を光学分割し一方の光学活性アミンと光学活性ジアシル酒石酸のジアステレオマー塩を分離する光学分割工程、得られたジアステレオマー塩を酸性水溶液で光学活性アミンと光学活性ジアシル酒石酸に解塩する解塩工程、および解塩工程において得られた光学活性ジアシル酒石酸を回収し、回収した光学活性ジアシル酒石酸を光学分割工程の原料として光学分割工程へリサイクルするリサイクル工程からなる光学活性ジアシル酒石酸の回収方法であって、解塩工程において用いる酸性水溶液にあらかじめ光学活性ジアシル酒石酸を添加しておくことを特徴とする。

【0009】**【発明の実施の形態】**

本発明で原料として使用するジアステレオマー塩とは、光学活性ジアシル酒石酸でラセミアミンを光学分割することにより得られるジアステレオマー塩であり、光学分割工程で過分離された結晶状のジアステレオマー塩、またろ過母液中に含まれる光学対掌体のジアステレオマー塩のいずれも使用することができる。

ここで、ジアステレオマー塩に含まれるアミンの光学純度はいかなる値でも使用できる。また、ラセミアミンは特に限定されないが、たとえば1, 2-ジアミノプロパン、3-アミノブタン、3-アミノペンタンニトリル、2-シクロプロピルアミノシクロヘキサノール等の脂肪族アミン類、フェニルエチルアミン、フェニルプロピルアミン等の芳香族アミン類、3-アミノ-1-ベンジルピロリジン、3-フェニル-1-プロピルピペリジン等の複素環アミン類が使用できる。

【0010】

光学活性ジアシル酒石酸としては、光学活性ジベンゾイル酒石酸、光学活性ジ-p-トルオイル酒石酸、光学活性ジ-m-トルオイル酒石酸、光学活性ジ-o-トルオイル酒石酸、光学活性ジ-p-メトキシベンゾイル酒石酸、光学活性ジ-m-メトキシベンゾイル酒石酸、光学活性ジ-o-メトキシベンゾイル酒石酸等の安息香酸エステル類、光学活性ジフェニルアセチル酒石酸等のフェニル酢酸エステル、光学活性ジアセチル酒石酸、光学活性ジプロピオニル酒石酸等の脂肪族カルボン酸エステル類が好ましく使用できるが、特に好ましくは光学活性ジベンゾイル酒石酸、光学活性ジ-p-トルオイル酒石酸、光学活性ジ-m-トルオイル酒石酸、光学活性ジ-o-トルオイル酒石酸、光学活性ジ-p-メトキシベンゾイル酒石酸、光学活性ジ-m-メトキシベンゾイル酒石酸、光学活性ジ-o-メトキシベンゾイル酒石酸である。ここで、光学活性ジアシル酒石酸とはD体、L体のいずれをも含み、光学純度が98% e. e. 以上であることを意味する。

【0011】

酸性水溶液は、特に限定されないが、好ましくは塩酸、硫酸、燐酸、硝酸等の無機酸の水溶液であり、より好ましくは塩酸、硫酸、燐酸水溶液、もっとも好ましくは塩酸、硫酸水溶液である。酸濃度は、好ましくは2~40重量%、より好ましくは5~30重量%であり、もっとも好ましくは7~20重量%である。酸使用量はジアステレオマー塩に含まれるアミンと当量以上あればよいが、好ましくは1.5~3.0当量、特に好ましくは1.8~2.5当量である。光学活性ジアシル酒石酸は一般に嵩高い化合物なので、解塩により析出してくる光学活性ジアシル酒石酸スラリーが効率よく攪拌できるスラリー濃度である5~15%に

なるように酸濃度と使用量を決めるのが好ましい。

【0012】

酸性水溶液を攪拌しながらジアステレオマー塩を直接添加すると、析出してくる光学活性ジアシル酒石酸が塊状になり、解塩が円滑に進まないで、工業的に光学活性アミンを製造する方法として好ましくない。また、水酸化ナトリウム等の塩基性水溶液にジアステレオマー塩を添加すると、光学活性ジアシル酒石酸はジナトリウム塩として水溶液に溶解するので解塩は円滑に進行するが、ジアシル酒石酸ジナトリウム塩が析出しない濃度にする、遊離状態の光学活性アミン類を抽出するのに大量の有機溶媒を使用するか、または抽出能力の高いクロロホルム等のハロゲン系の溶媒を使用しなければならず、環境汚染に配慮した工業的製造法として好ましくない。また、光学活性ジアシル酒石酸がアルカリで加水分解されるために回収量が低減するだけでなく、ジナトリウム塩を酸析して回収される光学活性ジアシル酒石酸の化学純度が低下する等、リサイクルの点でも好ましくない。

【0013】

酸水溶液での解塩を円滑に行うには、あらかじめジアステレオマー塩に含まれるものと同種類の光学活性ジアシル酒石酸を添加しておく。添加量は光学活性ジアシル酒石酸の種類、解塩条件にもよるが、酸水溶液の0.05～3重量%が好ましく、特に好ましくは0.1～2重量%である。ジアステレオマー塩を添加する速度が大きい場合には添加量は多く、小さい場合には添加量は少なくても良好に解塩できる。添加量が多くても解塩には問題ないが、回収する光学活性ジアシル酒石酸のリサイクル量が多くなり、効率的な製造法にはならないので好ましくない。

【0014】

解塩温度は好ましくは0～50℃であり、より好ましくは20～40℃である。この範囲であれば解塩は良好に進行するが、50℃より高くすると解塩速度は早くなるものの析出する光学活性ジアシル酒石酸の種類によっては溶融状態になるため、塊状物を形成しやすくなるので好ましくない。

【0015】

解塩時間は解塩条件により異なるが、通常は1～10時間である。あらかじめ添加してある光学活性ジアシル酒石酸のスラリー中にジアステレオマー塩を添加するので解塩状況が把握しにくい、結晶型が異なる場合が多い。解塩状況を正確に把握するには、解塩液中のアミン量を定量する方法が採用できる。

【0016】

また、光学分割工程で目的とする光学活性体の塩を固液分離した母液を解塩する場合には、あらかじめ有機溶媒を濃縮等で除去しておくほうが、円滑に解塩できる。特に光学活性ジアシル酒石酸が溶解する有機溶媒は除去しておかないと光学活性ジアシル酒石酸の回収率が低下するので好ましくない。ろ過母液が水と水溶性有機溶媒の混合溶液の場合には、あらかじめ有機溶媒を減圧除去した水溶液が使用できる。またろ過母液が水溶液の場合にはそのまま使用することができるが、そのままでは解塩工程の濃度が希薄になりすぎる場合には濃縮して濃度調整してから、前記のジアステレオマー塩の解塩方法を採用すればよい。また、光学分割工程で光学活性ジアシル酒石酸と無機酸や酢酸等の有機カルボン酸をダミー酸として併用した場合には、ろ過母液中にこれらの酸類が含まれるが、水溶性の酸であれば前記と同様に解塩工程へ使用することができる。水溶性の酸でない場合には、析出する光学活性ジアシル酒石酸中に混入するが、光学分割工程へリサイクルする際に塩調整すればよい。

【0017】

かくしてジアステレオマー塩を酸水溶液で解塩して得た光学活性ジアシル酒石酸はスラリー性も良好である。析出した光学活性ジアシル酒石酸を回収するには減圧ろ過や加圧ろ過、あるいは遠心脱液法が採用でき、本法によって得られた光学活性ジアシル酒石酸はろ過性状も良好である。本法により回収された光学活性ジアシル酒石酸は光学純度の低下もなく、化学純度も高い。

【0018】

回収した光学活性ジアシル酒石酸を光学分割の出発原料として使用する場合に、乾燥してリサイクル使用することもできるが、分割溶媒が水、または含水溶媒であればそのままリサイクル使用することができる。

【0019】

光学分割の方法は特に限定されないが、たとえば、ラセミアミンと光学活性ジアシル酒石酸を溶媒中で混合し、ジアステレオマー塩を合成した後、該ジアステレオマー塩を析出させることにより光学分割することができる。

【0020】

【実施例】

以下、実施例により本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれに限定するものではない。

【0021】

光学活性ジアシル酒石酸の光学純度は光学純度分析用カラム（ダイセル化学工業株式会社製CHIRALCEL OJ）を装着したHPLCで分析した。

【0022】

化学純度はODSカラムを装着したHPLCで分析した。

【0023】

実施例1 (DAP/D-PTTA, 塩の硫酸解塩)

攪拌機、ジムロート、温度計を装着した300mlの3口フラスコに、ラセミ1, 2-ジアミノプロパン (DAP) 14.8g (0.2モル)、ジーp-ートルオイル-D-酒石酸 (D-PTTA) 40.4g (0.1モル)、水170g、および35%塩酸18.8g (0.18モル) を仕込み、攪拌しながら60℃まで昇温して溶解させた。次いで攪拌しながら25℃まで冷却し、析出晶析をろ過して37.5gのジアステレオマー塩と、ろ過母液203.5gを得た。析出したジアステレオマー塩に含まれる1, 2-ジアミノプロパンの光学純度は76% e. e. であった。得られたジアステレオマー塩を水で再結晶し、ろ過・乾燥して20.8gのジアステレオマー塩を得た。析出したジアステレオマー塩に含まれる1, 2-ジアミノプロパンの光学純度は98.5% e. e. であった。

【0024】

攪拌機、ジムロート、温度計を装着した300mlの3口フラスコに、95%硫酸6.7g (0.07モル) と水115gを仕込み、25~30℃で攪拌しながらジーp-ートルオイル-D-酒石酸0.5gを添加し、滑らかなスラリーになるまで攪拌した。ここに、先のジアステレオマー塩を0.5gで添加し、10分

間攪拌して解塩されて析出したジー p トルオイルー D ー酒石酸が結晶化されるのを確認したのち、残りを 1 時間で少量ずつ添加した。さらに 2 時間攪拌を継続したのち、析出結晶をろ過・乾燥してジー p トルオイルー D ー酒石酸 17.6 g を得た。回収率は 98.5% であった。光学純度は 99.5% e. e. であり、光学分割工程、解塩工程でラセミ化は併発していなかった。HPLC で不純物ピークは検出されなかった。

【0025】

実施例 2 (DAP/D-PTTA, ろ液の硫酸解塩)

攪拌機、ジムロート、滴下ロート、温度計を装着した 300 ml の 4 口フラスコに、95% 硫酸 5.3 g (0.06 モル) と水 50 g を仕込み、25~30℃ で攪拌しながらジー p トルオイルー D ー酒石酸 0.1 g を添加し、滑らかなスラリーになるまで攪拌した。ここに、実施例 1 で得たろ過母液 203.5 g を 80 g まで減圧濃縮した溶液を 2 時間でゆっくり滴下した。さらに 2 時間攪拌を継続したのち、析出結晶をろ過・乾燥してジー p トルオイルー D ー酒石酸 13.1 g を得た。回収率は 98.3% であった。光学純度は 99.5% e. e. であり、光学分割工程、解塩工程でラセミ化は併発していなかった。HPLC で不純物ピークは検出されなかった。

【0026】

実施例 3 (DAP/D-PTTA, 回収した PTTA のリサイクル)

攪拌機、ジムロート、温度計を装着した 200 ml の 3 口フラスコに、ラセミ 1, 2-ジアミノプロパン 7.4 g (0.1 モル)、回収したジー p トルオイルー D ー酒石酸 20.2 g (0.05 モル)、水 85 g、および 35% 塩酸 9.4 g (0.09 モル) を仕込み、攪拌しながら 60℃ まで昇温して溶解させた。次いで攪拌しながら 25℃ まで冷却し、析出晶析をろ過して 18.2 g のジアステレオマー塩を得た。析出したジアステレオマー塩に含まれる 1, 2-ジアミノプロパンの光学純度は 75% e. e. であり、実施例 1 の結果とほぼ同様の成績が得られた。

【0027】

実施例 4 (CPCH/D-PTTA, 塩の硫酸解塩)

攪拌機、ジムロート、温度計を装着した2 Lの3口フラスコに、ラセミ2-シクロプロピルアミノシクロヘキサノール (CPCH) 155.2 g (1.0モル)、ジー p-トルオイル-D-酒石酸 270.4 g、メタノール 430 g、水 184 g、および35%塩酸 10.9 gを仕込み、70℃で1時間攪拌して溶解させた。ついで50℃まで冷却してから種晶 0.1 gを添加して30分間攪拌して結晶を析出させたのち、室温まで冷却してさらに1時間攪拌した。析出結晶をろ過して258.2 gのジアステレオマー塩を得た。得られた塩をメタノール 192 gと水 56 gの混合溶媒で再結晶し、析出したジアステレオマー塩 220.4 gを得た。析出結晶中に含まれる2-シクロプロピルアミノシクロヘキサノールの光学純度は99.0% e. e. であり、分析から純分は60.4 gであった。また、含有されるジー p-トルオイル-D-酒石酸は純度分析から150.2 gであった。

【0028】

攪拌機、ジムロート、温度計を装着した2 Lの3口フラスコに、水 900 mlと95%硫酸 48.1 gを仕込み、25~30℃で攪拌した。ここに、ジー p-トルオイル-D-酒石酸 10.0 gを添加し、滑らかなスラリーになるまで20分間攪拌した。ついで、攪拌しながらジアステレオマー塩 1 gを添加し、5分間攪拌して解塩して析出したジー p-トルオイル-D-酒石酸が結晶状態になったのを確認したのち、残りのジアステレオマー塩を約2時間で添加した。さらに4時間攪拌したのち、析出したジー p-トルオイル-D-酒石酸を小型遠心脱水機で単離した。リンスには水 50 gを使用した。単離結晶を乾燥し、ジー p-トルオイル-D-酒石酸 150.0 g得た。回収率はほぼ定量的であり、光学純度の低下はなかった。HPLCによる化学純度も良好であった。

【0029】

比較例 1 (CPCH/D-PTTA, 直接解塩)

攪拌機、ジムロート、温度計を装着した2 Lの3口フラスコに、水 900 mlと95%硫酸 81.9 gを仕込み、25~30℃で攪拌した。ここに、実施例 4と同様にして得たジアステレオマー塩を5分ごとに1 gずつ添加し、1時間攪拌したが塊状物がフラスコ壁にこびり付き、結晶にならなかった。さらに、残りの

ジアステレオマー塩を約2時間で添加し、1晩室温下で攪拌したが、結晶形状のジープートルオイル-D-酒石酸は得られなかった。

【0030】

実施例5 (CPCH/D-PTTA, 解塩母液からのCPCH回収)

攪拌機、ジムロート、温度計を装着した2Lの3口フラスコに、実施例4の遠心脱水で得た水溶液を仕込み、50~60℃で約350gになるまで減圧濃縮した。濃縮液を20~30℃に冷却し、攪拌しながら48%水酸化ナトリウム水溶液85gを滴下して(R)-2-シクロプロピルアミノシクロヘキサノールを遊離させた。ついでトルエン300gで2回抽出し、トルエン層を水60gで洗浄してから減圧濃縮して、(R)-2-シクロプロピルアミノシクロヘキサノールを59.8g含有する濃縮液110gを得た。濃縮液を真空蒸留して、91~94℃/0.9~1.1kPaの留分として(R)-2-シクロプロピルアミノシクロヘキサノールを55.3g得た。光学純度は99.0% e. e. で、解塩工程・蒸留工程での光学純度低下はなかった。

【0031】

比較例2 (CPCH/D-PTTA, アルカリ解塩)

攪拌機、ジムロート、温度計を装着した2Lの3口フラスコに、実施例4で得たジアステレオマー塩220.4g ((R)-2-シクロプロピルアミノシクロヘキサノール60.4g (0.39モル)、ジープートルオイル-D-酒石酸150.2g (0.39モル))、水513mlを仕込み20~30℃で攪拌した。ついで、20%水酸化ナトリウム水溶液157g (0.79モル)を約1時間で滴下して解塩した。水溶液をトルエン600gで3回抽出したが、(R)-2-シクロプロピルアミノシクロヘキサノールの回収率は56%と低かった。抽残水層を95%硫酸でpH1以下に調整したのち析出結晶をろ過したが、ジープートルオイル-D-酒石酸の化学純度は約93%であり、加水分解したプートルイル酸が混入していた。

【0032】

実施例6 (DAP/L-DBTA, 塩の塩酸解塩)

攪拌機、ジムロート、温度計を装着した300mlの3口フラスコに、ラセミ

1, 2-ジアミノプロパン 5.0 g (0.07 モル)、ジベンゾイル-L-酒石酸 1 水和物 (L-DBTA) 25.6 g (0.07 モル)、水 100 g を仕込み、攪拌しながら 60℃ まで昇温して溶解させた。次いで攪拌しながら 25℃ まで冷却し、析出晶析をろ過・乾燥して 12.8 g のジアステレオマー塩を得た。析出したジアステレオマー塩に含まれる 1, 2-ジアミノプロパンの光学純度は 92.5% e. e. であり、ジベンゾイル-L-酒石酸は 10.6 g であった。

【0033】

攪拌機、ジムロート、温度計を装着した 300 ml の 3 口フラスコに、4% 塩酸水溶液 91 g を仕込み、25~30℃ で攪拌しながらジベンゾイル-L-酒石酸 1 g を添加し、滑らかなスラリーになるまで攪拌した。ここに、先のジアステレオマー塩を 0.5 g で添加し、10 分間攪拌して解塩されて析出したジベンゾイル-L-酒石酸が結晶化されるのを確認したのち、残りを 1 時間で少量ずつ添加した。さらに 2 時間攪拌を継続したのち、析出結晶をろ過・乾燥してジベンゾイル-L-酒石酸 10.3 g を得た。回収率は 97.2% であった。光学純度は 99.4% e. e. であり、光学分割工程、解塩工程でラセミ化は併発していなかった。HPLC で不純物ピークは検出されなかった。

【0034】

【発明の効果】

本発明によれば、ラセミアミンの光学分割で使用される光学分割剤の光学活性ジアシル酒石酸を効率よく回収することができる。回収した光学活性ジアシル酒石酸は光学活性アミンの製造用分割剤として再使用することができる。

【書類名】 要約書**【要約】****【課題】**

光学活性ジアシル酒石酸のジアステレオマー塩を解塩して性状の良い光学活性ジアシル酒石酸を工業的に回収する方法を提供する。

【解決手段】

光学活性ジアシル酒石酸で光学分割して得たジアステレオマー塩を酸性水溶液で解塩するに際し、酸性水溶液にあらかじめ光学活性ジアシル酒石酸を添加しておく。

また、ラセミアミンと光学活性ジアシル酒石酸を含む原料を光学分割し一方の光学活性アミンと光学活性ジアシル酒石酸のジアステレオマー塩を分離し、得られたジアステレオマー塩をあらかじめ光学活性ジアシル酒石酸を添加した酸性水溶液で解塩して光学活性ジアシル酒石酸を回収し、得られた光学活性ジアシル酒石酸を光学分割工程の原料として光学分割工程へリサイクルする。

【書類名】 出願人名義変更届
【整理番号】 93A01230-B
【提出日】 平成15年12月17日
【あて先】 特許庁長官殿
【事件の表示】
【出願番号】 特願2003- 8023
【承継人】
【識別番号】 000187046
【氏名又は名称】 東レ・ファインケミカル株式会社
【代表者】 戸田 憲男
【承継人代理人】
【識別番号】 100104950
【弁理士】
【氏名又は名称】 岩見 知典
【手数料の表示】
【予納台帳番号】 066420
【納付金額】 4,200円
【提出物件の目録】
【物件名】 譲渡証書 1
【提出物件の特記事項】 譲渡証書は、手続補足書に添付して提出する。
【包括委任状番号】 0310931

認定・付加情報

| | |
|---------|----------------|
| 特許出願の番号 | 特願 2003-008023 |
| 受付番号 | 50302075096 |
| 書類名 | 出願人名義変更届 |
| 担当官 | 西村 明夫 2206 |
| 作成日 | 平成16年 2月17日 |

<認定情報・付加情報>

【承継人】

| | |
|----------|-----------------|
| 【識別番号】 | 000187046 |
| 【住所又は居所】 | 千葉県浦安市美浜一丁目8番1号 |
| 【氏名又は名称】 | 東レ・ファインケミカル株式会社 |

【承継人代理人】 申請人

| | |
|----------|----------------------------------|
| 【識別番号】 | 100104950 |
| 【住所又は居所】 | 滋賀県大津市園山1丁目1番1号 東レ株式会社 知的財産部内 |
| 【氏名又は名称】 | 岩見 知典 |

特願 2003-008023

出願人履歴情報

識別番号

[000003159]

1. 変更年月日

2002年10月25日

[変更理由]

住所変更

住所

東京都中央区日本橋室町2丁目2番1号

氏名

東レ株式会社

特願 2 0 0 3 - 0 0 8 0 2 3

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [0 0 0 1 8 7 0 4 6]

| | |
|----------|---------------------|
| 1. 変更年月日 | 2 0 0 2 年 5 月 1 0 日 |
| [変更理由] | 住所変更 |
| 住 所 | 千葉県浦安市美浜一丁目 8 番 1 号 |
| 氏 名 | 東レ・ファインケミカル株式会社 |

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.